



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219532
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 13 08 80
(21) (PV 5571-80)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 08 85

(51) Int. Cl.³
C 07 C 59/265
C 01 F 11/18
C 01 D 5/00

(75)
Autor vynálezu

HUDEC JOSEF, KAZNĚJOV, LIŠKA VÁCLAV prom. chem., TŘEMOŠNÁ,
LIŠKA VÁCLAV ing., PLZEŇ

(54) Způsob zpracování síranu vápenatého odpadajícího při izolaci kyseliny citrónové

1

2

Způsob zpracování síranu vápenatého odpadajícího při izolaci kyseliny citrónové po rozkladu citranu vápenatého, jehož srážení bylo provedeno v prostředí monokarboxylové alifatické kyseliny, která tvoří s vápníkem rozpustnou sůl, nebo soli monokarboxylové alifatické kyseliny s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, spočívá podle vynálezu v tom, že se na odpadní síran vápenatý působí uhličitánem alkalického kovu, přičemž vzniká uhličitán vápenatý a síran příslušného alkalického kovu. Získaný uhličitán vápenatý lze použít jako čistou chemikálii k výrobě zubních past a k dalším technickým účelům, k nimž je používán srážený čištěný uhličitán vápenatý.

Sírany alkalických kovů v pevné formě lze používat jako čistých chemikálií, jako surovin v chemickém průmyslu, např. pro výrobu kamenců, ve sklářském průmyslu, tukovém průmyslu apod.

Předmětem vynálezu je způsob zpracování síranu vápenatého odpadajícího při izolaci kyseliny citrónové po rozkladu citranu vápenatého sráženého v prostředí monokarboxylové alifatické kyseliny, která tvoří s vápníkem rozpustnou sůl, nebo solí monokarboxylové alifatické kyseliny s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin.

Při izolaci kyseliny citrónové odpadá po rozkladu citranu vápenatého kyselinou sírovou síran vápenatý. Pro tento síran vápenatý není použití a je ukládán jako odpad na skládku. Vápník a kyselina sírová, jež byly nasazeny do procesu izolace kyseliny citrónové a při průchodu tímto procesem předčištěny, zůstávají bez užitku. Hromadí se ve formě polotuhého odpadu, k jehož uložení je třeba stále vyhledávat nové prostory a z místa vzniku jej do těchto prostor dopravovat.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje, popřípadě snižuje způsob podle vynálezu, týkající se zpracování síranu vápenatého odpadajícího při izolaci kyseliny citrónové, po rozkladu citranu vápenatého, jehož srážení bylo provedeno v prostředí monokarboxylové alifatické kyseliny, která tvoří s vápníkem rozpustnou sůl nebo solí monokarboxylové alifatické kyseliny s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se na suspendovaný síran vápenatý působí uhličitánem alkalického kovu.

Při průchodu procesem izolace kyseliny citrónové byly výchozí látky, tj. kyselina sírová a vápenné mléko, z nichž síran vápenatý vznikl, zbaveny řady nečistot, například mechanických nečistot, SiO_2 , Fe, Al, Mg a dalších. Z procesu izolace kyseliny citrónové odpadající síran vápenatý se zbaví zbytků rozpustných nečistot, především kyseliny citrónové, promytím na filtru nebo dekantací. Promytý síran vápenatý se rozmíchá ve vodě na suspenzi a za stálého míchání se přidá uhličitán alkalického kovu, s výhodou v roztoku tak, aby vsazený síran vápenatý a uhličitán alkalického kovu byly v reakční směsi v molárním poměru 1 : 1 až 1 : 1,1, vztaženo na síran vápenatý. Před přidáním uhličitánu, resp. jeho roztoku, k suspenzi síranu vápenatého je výhodné zahřát obě média na teplotu do 100 °C a udržovat tuto teplotu v průběhu celého procesu. Celkové množství vody v reakční směsi musí v závislosti na teplotě reakční směsi odpovídat nejméně teoretickému množství vody postačujícímu k rozpuštění při reakci vzniklého síranu alkalického kovu. Tuto zásadu je nutno dodržovat v průběhu celého procesu až do oddělení uhličitánu vápenatého z reakční směsi. Reakční směs se po přidání uhličitánu alkalického kovu míchá po dobu 10 až 60 minut.

Během této doby proběhne konverse nasazených surovin na uhličitán vápenatý a síran alkalického kovu. Uhličitán vápenatý se pak oddělí z reakční směsi filtrem; buď

se promyje na filtru vodou, nebo se zbaví zbytků síranu alkalického kovu dekantací a suší se. Filtrát reakční směsi je roztokem síranu alkalického kovu. Zahuštěním ke krystalizaci z něho lze získat krystalický produkt. V případě, že konverse byla prováděna za zvýšené teploty, přičemž množství vody v reakční směsi bylo nižší než množství potřebné k rozpuštění vzniklého síranu alkalického kovu za chladu, vykrystaluje síran alkalického kovu z filtrátu reakční směsi zchlazením.

Postupem podle vynálezu lze zhodnotit surovinu odpadající dosud při izolaci kyseliny citrónové bez užitku, tj. kyselinu sírovou a vápno, na výrobky vyšších kvalitativních tříd než vykazovaly původní suroviny vstupující do procesu izolace kyseliny citrónové.

Příklad 1

2500 g vlhkého síranu vápenatého po rozkladu citranu vápenatého s obsahem 42,3 % CaSO_4 bylo dvakrát dekantováno 2 l vody 80 °C teplé a odsáto na nuči. Ze získaných 2426,5 g promytého síranu vápenatého s obsahem 43,5 % CaSO_4 bylo naváženo 2300 gramů. Tato vsázka byla rozmíchána v 9 l vody na suspenzi, k níž bylo přidáno za stálého míchání 2 l 37,03% roztoku uhličitánu draselného. Teplota během reakce udržována na 21 °C. Po 30 min. míchání byla reakční směs zfiltrována, uhličitán vápenatý předčištěn trojnásobnou dekantací 2 l vody a sušen při 105 °C. Bylo získáno 725 g uhličitánu vápenatého odpovídajícího kvalitou druhu „srážený čišťený“ a 10,85 l roztoku síranu draselného s obsahem 10,47 % K_2SO_4 . Roztok síranu draselného byl zahuštěn ke krystalizaci na hustotu 1,16 g . cm⁻³ a ponechán zchladnout na teplotu 20 °C. Vykrystalizovaný síran draselný byl oddělen z krystalové suspenze filtrací a sušen při 105 °C. Získáno bylo 655 g krystalického síranu draselného odpovídajícího čistotou kvalitě „čistý“ a 4,8 l roztoku síranu draselného s obsahem 11,05 % K_2SO_4 .

Příklad 2

5000 g vlhkého síranu vápenatého po rozkladu citranu vápenatého s obsahem 42,8 procent CaSO_4 bylo rozplaveno 4 l vody 80 °C teplé, odsáto na nuči, promyto dalšími 4 l vody 80 °C teplé. Ze získaných 4780 g vlhkého promytého síranu vápenatého s obsahem 44,45 % CaSO_4 bylo naváženo 2250 g a rozmícháno s 3 l vody na suspenzi. Suspenze byla zahřívána na teplotu 80 °C a za stálého míchání přidány 2 l roztoku uhličitánu draselného 80 °C teplého. Reakční směs byla míchána po dobu 30 min. při teplotě 80 °C a pak za horka oddělen uhličitán vápenatý filtrací na nuči. Filtrační koláč byl na nuči promyt 1 litrem vody 80 °C teplé

a pak dalšími 3 l chladné vody a sušen při teplotě 105 °C. Bylo získáno 727 g uhličitanu vápenatého odpovídajícího čistotou kvalitě druhu „srážený, čištěný“, 605 g krystalického síranu draselného odpovídajícího čistotou kvalitě „čistý“ a 5,3 l roztoku síranu draselného s obsahem 11,0 % K_2SO_4 .

Příklad 3

2250 g promytého síranu vápenatého z příkladu 2 bylo rozmícháno ve 2 l vody na suspenzi. Suspenze zahřáta na teplotu 40 °C a za stálého míchání do ní přidáno 780 g uhličitanu sodného kalcinovaného ve dvou dávkách po 300 g a jedné dávce 180 g. Jednotlivé dávky byly přidány v intervalech 20

minut. Po přidání poslední dávky byla reakční směs míchána po dobu 60 minut při teplotě 40 °C a uhličitan vápenatý pak oddělen ze suspenze filtrací na nuči při teplotě 35 °C. Filtrační koláč byl promyt 1 litrem vody 35 °C teplé, pak dalšími 3 litry vody chladné a sušen při teplotě 105 °C. Přídavkem kyseliny sírové bylo upraveno pH filtrátu na hodnotu 4,5; filtrát ponechán volně zchladnout na teplotu 20 °C a vykryštalizovaný síran sodný oddělen z krystalové suspenze filtrací na nuči. Bylo získáno 720 g uhličitanu vápenatého odpovídajícího kvalitou druhu „srážený, čištěný“, 1195 g $Na_2SO_4 \cdot 10 H_2O$ odpovídajícího čistotou kvalitě „čistý“ a 1,95 litru roztoku síranu sodného s obsahem 18,42 % Na_2SO_4 .

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zpracování síranu vápenatého odpovídajícího při izolaci kyseliny citrónové po rozkladu citranu vápenatého sráženého v prostředí monokarboxylové alifatické kyseliny, která tvoří s vápníkem rozpustnou sůl, nebo solí monokarboxylové alifatické kyseliny s alkalickými kovy a kovy alkalickými

zemí, vyznačujících se tím, že na vodnou suspenzi uvedeného síranu vápenatého se působí uhličitanem alkalického kovu, v molárním poměru 1 : 1 až 1 : 1,1, vztaženo na síran vápenatý, s výhodou při teplotě do 100 °C za vzniku uhličitanu vápenatého a síranu příslušného alkalického kovu.